

**10/509855**  
DT09 Rec'd PCT/PTO 30 SEP 2004

Japanese Patent Application, First Publication No. Sho 60-51678

The present invention aims to propose a method enabling the application of a strong nickel coating with surface irregularities in a relatively short time by a coat process marked by rapid deposition.

In this method of nickel coating ceramic particles of the present invention, a sponge-like nickel coating is first applied to the surface of ceramic particles using a coating liquid containing nickel salt and a reducing agent. The ceramic particles with the sponge-like nickel coating are then again nickel coated with the coating liquid, causing the sponge-like chemical coating to bond strongly to the ceramic particles and thereby imparting a nickel coating with surface irregularities.

⑩ 日本国特許庁(JP) ⑪ 特許出願公開  
⑫ 公開特許公報(A) 昭60-51678

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>  
C 04 B 41/88

識別記号 庁内整理番号  
8216-4G

⑭ 公開 昭和60年(1985)3月23日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 セラミックス粒子のニッケル化学コート方法

⑯ 特 願 昭58-159969

⑰ 出 願 昭58(1983)8月31日

⑱ 発 明 者 千 田 恭 一 東京都港区芝大門2丁目1番1号  
⑲ 発 明 者 笠 原 真 塩尻市宗賀545-2  
⑳ 出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門1丁目13番9号  
㉑ 代 理 人 弁理士 志賀 正武

明 細 書

1. 発明の名称

セラミックス粒子のニッケル化学コート方法

2. 特許請求の範囲

ニッケル塩、還元剤を含む化学コート液を用いて、先ずセラミックス粒子の表面をスポンジ状にニッケル化学コートし、次いで上記スポンジ状にニッケル化学コートしたセラミックス粒子を化学コート液を用いてさらにニッケル化学コートし、上記スポンジ状化学コートを強固にセラミックス粒子に固着させ表面に凹凸のあるNiコートすることを特徴とするセラミックス粒子のニッケル化学コート方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はダイヤモンド、立方晶窒化ほう素、アルミナ、炭化ケイ素等のセラミックス粒子を表面に凹凸のあるニッケル層によつて強固に化学コートする方法に関する。

一般にダイヤモンド、立方晶窒化ほう素(以下C<sub>4</sub>Nという)等のセラミックス粒子をレジノイド砥石の砥粒として使用する場合に、セラミックス粒子を裸のままでは、粒子をニッケル等の金属によつて化学コートし、これを砥粒として用い、放熱、レジソとの結合力をよくし、研削比の向上をはかっている。このNi等金属のコートにおいて表面に凹凸を有するものが望ましい。

ところで、上記セラミックス粒子を表面に凹凸のあるニッケルによつてコートするには、以前から種々の方法が発明されている。それらはいずれも、ダイヤモンド或いはC<sub>4</sub>N粒子等の表面に、先ずNiの析出速度を遅くして緻密な第一層を設け、その上にNiの析出速度を早くして表面に凹凸のある第二層を設け、さらにその上に緻密な第三層を設けているが、製造工程が長く処理に時間を要し、さらに砥石とした場合の研削比が未だ充分でない等の不都合があつた。

本発明は、上記の事情に鑑み、析出速度の早いコート処理によつて、比較的短時間に表面に凹凸

のある強固なNi化学コートを行うことが出来る方法を提供することを目的とするもので、その要旨は、ニッケル塩、還元剤を含む化学コート液を用いて、先ずセラミックス粒子の表面をスポンジ状にニッケル化学コートし、次いで上記スポンジ状にニッケル化学コートされたセラミックス粒子を上記化学コート液を用いてさらにニッケル化学コートし、上記スポンジ状化学コートを強固にセラミックス粒子に固着させ、表面に凹凸のあるNiコートとするセラミックス粒子のNi化学コートにある。

以下本発明に係るNi化学コート方法を説明する。

本発明において使用するセラミックス粒子は、1~300μ程度の大きさで、前もつてアセトン等の溶剤で洗浄し、酸、アルカリ洗浄を行なう。次いで公知の方法によつて、セラミックス粒子表面にSnO<sub>2</sub>を均一に分散塗布する感受性処理を、および、感受性処理した粒子表面にPd金属を沈着させ、Ni化学コートする場合、Pdを

核としてNiが化学コートされるようにする活性化処理をしておくことが好ましい。

上記感受性処理および活性化処理を施したセラミックス粒子を、酢酸ナトリウム(CH<sub>3</sub>COONa・3H<sub>2</sub>O：以下aと記す)硫酸ニッケル(NiSO<sub>4</sub>・6H<sub>2</sub>O：以下bと記す)次亜りん酸ナトリウム(NaH<sub>2</sub>PO<sub>3</sub>・H<sub>2</sub>O：以下cと記す)を用いて先ず第1段目の処理を行ない引続いてこれにcを追加し、またチオ尿素(CS(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>：以下dと記す)を添加する第2段目の処理をする第一次Ni化学コート処理を行ない、スポンジ状のNi層によつて被覆し、次いでa, b, c, dの薬剤を用いて第二次Ni化学コート処理を施し、上記スポンジ状のNi層をセラミックス粒子上に固着させる。この操作によつて表面に凹凸を有するNi層によつて強固に被覆されたセラミックス粒子が得られる。

第一次化学処理には、a：6~80g/l好ましくは、30~50g/l、b：4~50g/l、好ましくは20~30g/lの濃度のコート液を、

上記感受性処理および活性化処理したセラミックス粒子1g当り130mlの割合で準備する。このコート液を85~98℃好ましくは90~95℃に保持しながら、所定量の上記セラミックス粒子を投入する。次いで、この粒子が沈降しない程度に攪拌しながら、浴液度が7~40g/l好ましくは15~30g/lとなる量のCを少量の純水に溶解し、この水溶液の約1/4を一度に注入する。この操作によつてH<sub>2</sub>を発生し激しい反応が起るが、この反応は2~3分でおだやかになる。次いでコート液中のdの濃度が0.2~0.6mg/l好ましくは、0.3~0.5mg/lとなるように所定量のdを投入した後Cの水溶液の残り約3/4を1~2時間かけて徐々に滴下する。この反応は、最初の反応のように激しくないが、一般に行なわれている三層処理の反応に比較すれば格段に早い反応である。この第一次Ni化学コート処理によつて、セラミックス粒子は表面に凹凸のあるスポンジ状のNi層によつて覆われる。

上記第一次Ni化学コート処理によつて得られた粒子を洗浄、磨砕した後乾燥し、単粒でNiコートされたものと、複数個が一層にNiコートされたものとに分類し、単粒でNiコートされたものの、Niコート量(wt%)を分析によつて求める。通常、砥粒製品のNiコート量は、60wt%程度であるが、上記分析により求めた単粒のNiコート量と、最終砥粒製品とのNi不足量を計算によつて求める。

第二次Ni化学コート処理は、上記Ni不足量1g当りa：6.9g、b：4.4gを約200mlに上記濃度/8当りdを0.5mg/l加え、さらに上記濃度/8当りcを0.5mg/l加え、温度を85±5℃に保持し、攪拌しながら、上記Ni量既知のセラミックス単粒子を投入し、次いでNi不足量1g当り3.6gのCを少量の純水に溶解した溶液を1~2時間かけて滴下する。この第二次Ni化学コート処理によつて、第1次処理によつて形成されたスポンジ状Niコートは強固にセラミックス粒子に固着され、表面に凹凸を有する所定の厚さの強固なNi層によつて被覆された砥粒が得られ

る。

上記第一次、第二次処理において、特に第一次処理の薬剤添加量、添加順序、温度は重要で、上記条件を外れると低粒として優れたNiコート層は得られない。

すなわち、第一次処理におけるa、b、c、dの使用モル比は、反応によつて決るため一定であるが、コート浴の薬剤濃度およびセラミックス粒子1g当りのコート浴使用量によつて決る薬剤使用量が少ないと、セラミックス粒子で被覆されないものが生じ、最終低粒表面の凹凸が少なくなる。また多すぎるとスポンジ状Ni層の強度が低下し、洗浄時にNi層の一部が脱落する。さらに第二次処理のNi量が少なくなり、定量のNi量のNi層が得られてもその固着強度は低下する。

また、薬液濃度を下げ、1g当りのコート浴使用量を増加した場合、或いは薬液濃度を高くしコート浴を少なくした場合には、いずれも均一なスポンジ状ニッケル層が得られない。

保持温度は、第一次処理において90℃より

低いと、望ましいスポンジ状Ni層が得られず、95℃より高いとコート浴が沸騰し易い状態となる。また、第二次処理で75℃より低いと、反応に長時間要し、85℃より高いとスポンジ状Ni層の強化が不十分となる。

さらに、第一次処理において、最初、所定量の $\frac{1}{4}$ 量、次いで $\frac{3}{4}$ 量のCを添加したが、最初入れる量を多くすると、スポンジ状のNi層の嵩比度が低く、表面の凹凸が多くなるが、あまり多過ぎるとコート層の定着性が悪くなる。最初に入る量を少なくし<sup>を</sup>過ると嵩比度が大きくなりよくない。

その他、Cを分けずに注入した場合、dの添加時を変える等、上記条件を外れた場合には、いずれも表面に凹凸のある強固なNi層が得られず、第一次Ni化学コート処理を上記条件で行なった時のみ、レジノイド砥石の低粒として優れたものが得られる。

次に実施例および比較例を示し、本発明の方法によつて製造した低粒の優れていることを示す。

#### 実施例

粒度井120/140のCBN粒子を感受性化処理および活性化処理し、これをa:41g/g、b:26g/g、c:22g/g、d:0.5mg/gの濃度で、上記粒子1g当り130ml用いて本発明の方法により第一次処理し、次いで第二次処理してNi層で被覆した低粒をつくつた。Ni化学コート処理には、約3.5時間を行った。この低粒をAという。

#### 比較例

実施例と同じ径のCBN粒子を同じように感受性化処理、活性化処理し、通常の方法(例えば特公昭52-27875)によつて3層のNiコートを設けた。この化学コート処理には約15時間を行った。これを低粒Bという。

上記低粒A、Bにより、フェノール樹脂使用のレジノイド砥石6A2型、100<sup>D</sup>×36<sup>T</sup>×2<sup>X</sup>×3<sup>W</sup>×15<sup>B</sup>×38.1<sup>M</sup>を作成し砥石A、Bとした。

上記砥石A、Bを用い研削比その他の値を下記の表

に、条件によつて比較した。

研削盤 : 牧野フライス製、自動工具研削盤、  
CP1A-40型、砥石軸モータ:  
1.5KW。

研削方式 : 8枚刃カッターの乾式トラバース  
研削。

被研削材 : 高周波ステッキバイトJIB5型  
(SKH57相当、HRC68)

研削条件 : 砥石周速度 1160m/min  
テーブル送り速度 4m/min  
切込 50μm/pass

その結果下表の数値を得た。

	嵩比度 (g/cc)	研削比 (研削盤/砥石 摩耗量)	抵抗 (W)
砥石A (本発明の方法)	2.18	95	273
砥石B (通常の方法)	2.95	27	255

様より明らかなように本発明の方法によつて  
Niコートした砥粒の破れていることがわかる。

以上述べたように本発明に係るNi化学コート  
方法は、セラミックス粒子をNi層が強固に被覆  
し、かつその表面には多数の凹凸が形成されてい  
るので、この砥粒によつて極めて優れたレジノイ  
ド砥石をつくることが出来る。

出願人 昭和電工株式会社

代理人 弁護士 志賀正 氏

